

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06842

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ B08B 9/027, 3/08, 3/14, 9/08, C02F 1/44, H01L 21/304, 648

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ B08B 9/00-9/093

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2001	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
EX	JP 2000-317413 A (Kurita Water Industries Ltd.), 21 November, 2000 (21.11.00) (Family: none)	1-7
EX	JP 2000-279906 A (Toshiba Corporation), 10 October, 2000 (10.10.00) (Family: none)	1-7
Y	JP 3-288583 A (Nomura Micro Sci. K.K.), 18 December, 1991 (18.12.91) (Family: none)	1-7
Y	WO 94/21865 A1 (H. E. R. C. Incorporated), 29 September, 1994 (29.09.94), & JP 8-509908 A	1-7
Y	JP 10-128254 A (Organo Corporation), 19 May, 1998 (19.05.98) (Family: none)	1-7
Y	GB 1420720 A (Alfa-Laval Aktiebolag), 14 January, 1976 (14.01.76), & JP 50-026355 A & DE 2409918 A & NL 7402458 A	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 September, 2001 (04.09.01)Date of mailing of the international search report
18 September, 2001 (18.09.01)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06842

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 8-11992 A (Suntory Limited), 16 January, 1996 (16.01.96) (Family: none)	1-7
Y	JP 6-82939 A (Konica Corporation), 25 March, 1994 (25.03.94) (Family: none)	1-4, 6, 7

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002 年 2 月 21 日 (21.02.2002)

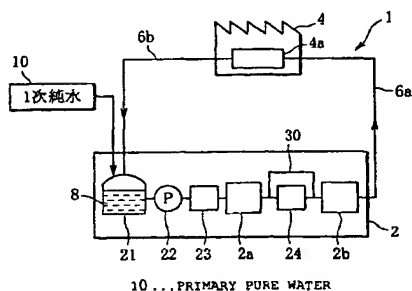
PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/13981 A1

- (51) 国際特許分類⁷: B08B 9/027, 3/08, (72) 発明者; および
3/14, 9/08, C02F 1/44, H01L 21/304 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 奥村正剛 (OKU-
MURA, Masatake) [JP/JP]; 〒160-8383 東京都新宿区
(21) 国際出願番号: PCT/JP01/06842 西新宿三丁目4番7号 栗田工業株式会社内 Tokyo (JP).
(22) 国際出願日: 2001 年 8 月 9 日 (09.08.2001) (74) 代理人: 長門侃二, 外 (NAGATO, Kanji et al.); 〒
105-0004 東京都港区新橋5丁目8番1号 SKKビル5階
(25) 国際出願の言語: 日本語 Tokyo (JP).
(26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): KR, SG, US.
(30) 優先権データ: 添付公開書類:
特願2000-242602 2000 年 8 月 10 日 (10.08.2000) JP — 国際調査報告書
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 栗田
工業株式会社 (KURITA WATER INDUSTRIES LTD.)
[JP/JP]; 〒160-8383 東京都新宿区西新宿三丁目4番7
号 Tokyo (JP). 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR CLEANING ULTRAPURE WATER SUPPLYING SYSTEM

(54) 発明の名称: 超純水供給システムの洗浄方法



(57) Abstract: A method for cleaning an ultrapure water supplying system having an ultrapure water producing apparatus connected to a use point for ultrapure water via a flow path, which comprises circulating, for example, a basic aqueous solution within the system, thereby to change the surface electric potential of fine particles present in the system from the polarity different from that of a system element to the same polarity as that of the element and to facilitate removing such particles, and then discharging the particles together with the basic aqueous solution out of the system. The method is excellent in detergency and allows the shortening of the time required for the rinse in order to remove residual components of a cleaning solution.

(57) 要約:

超純水のユースポイントに流路を介して接続された超純水製造装置を有した超純水供給システムを洗浄方法が提供される。この洗浄方法では、例えば塩基性水溶液をシステム内で循環させることにより、システム内の微粒子の表面電位をシステム要素の表面電位と異なる極性から同極性に変化させて除去容易とし、次に、微粒子をシステム外へ塩基性水溶液と共にシステム外へ排出する。この洗浄方法は洗浄力に優れ、残留洗浄液成分を除去するためのすすぎ洗浄時間を短くすることができる。

明 細 書

超純水供給システムの洗浄方法

技術分野

- 5 本発明は、超純水供給システムの洗浄方法に関し、特に、半導体製造プロセスなどに用いられる超純水を供給するシステムの洗浄方法に関する。

背景技術

- 10 半導体製造などの洗浄工程で用いられる超純水に関して、超純水製造装置とユースポイントとの間で超純水を循環させる超純水供給システムが知られている。このシステムは、超純水製造装置で製造した超純水を配管を介してユースポイントに供給し、ユースポイントで使用されなかった残りの超純水を別の配管を介して超純水製造装置に戻すようになっている。

- 15 半導体製造などに用いられる超純水には、微粒子、有機物および無機物を含まないことが要求される。具体的には、例えば、超純水の抵抗率が $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上、超純水に含まれる微粒子が $1\text{個}/\text{mL}$ 以下、生菌が $1\text{個}/\text{L}$ 以下、全有機炭素（TOC）が $1\mu\text{g}/\text{L}$ 以下、シリカが $1\mu\text{g}/\text{L}$ 以下、金属類が $1\text{ng}/\text{L}$ 以下、イオン類が $10\text{ng}/\text{L}$ 以下であることが要求される。

- 20 従って、上記の超純水供給システムにおいてもユースポイントでの使用に供される超純水は上記の要求水質を満たさなければならないが、外部からシステム内に侵入しあるいはシステム内で発生した微粒子が超純水に混入して水質低下の要因になる。

- 25 例えば、超純水供給システム内での純水の循環に伴ってシステムの濾過膜や配管等の表面が削られ、この削り屑（微粒子）が純水中に混入する。また、システムを長期間休止した場合、システム内に滞留した原水や超純水中にバクテリアの死骸や鉄さびなどの微粒子が混入する。更に、新設された超純水供給シ

システムでは、システムの構成要素である濾過膜や配管の表面に種々の微粒子が付着したままになっており、また、システムを構築する間に空気中のチリ、シリカ、アルミなどの微粒子がシステム内に侵入してシステム各部に付着している。そして、新設のシステムの運転を開始すると、システム内に付着した微粒子がシステム内を循環する超純水中に混入する。

従って、微粒子を除去するために、システムの運転開始前に超純水供給システムを洗浄したり、システムを定期的に洗浄する必要がある。従来、システムの洗浄には温水や過酸化水素水が用いられているが、温水などは洗浄力が弱く、システム内の微粒子を十分に除去できないおそれがある。また、特開平 7-195073 号公報には、洗浄力の強いアルコールを用いた洗浄技術が提案されているが、微粒子を十分に除去するには比較的高濃度（約 10～80%）のアルコールを用いざるを得ない。このため、システム内にアルコールが残留してシステムで製造される超純水の水質低下（TOC 増大）を招くおそれがあり、従って残留アルコールを除去する作業（すすぎ洗浄）が行われ、洗浄期間が全体として長くなる。

この様に洗浄期間が長いと超純水供給システムやこれを利用する工場の稼働率が低下するので、洗浄期間を短くすることが望まれる。特に、新設の超純水供給システムの場合、要求水質の超純水を得るまでに要するシステムの立ち上げ時間が通常 1 カ月と長く、立ち上げ時間を短くすることが要望されている。

また、超純水製造装置を構成する濾過膜の製造時や超純水製造装置への取り付け時に、超純水を用いて、超純水の比抵抗率や TOC が許容範囲内に入るまで濾過膜を洗浄することが知られている。超純水を用いたこの洗浄方法によれば、比抵抗率や TOC に影響を及ぼす微粒子は除去されるが、それ以外の微粒子が必ずしも十分に除去されないおそれがある。

25

発明の開示

本発明の目的は、超純水供給システムやその構成要素を短時間内に十分に洗浄可能とする洗浄方法を提供することにある。

- 上記目的を達成するために、本発明によれば、超純水のユースポイントに流路を介して接続された超純水製造装置を有した超純水供給システムの少なくとも一部を洗浄する洗浄方法が提供される。本発明の洗浄方法は、(a) 超純水供給システムの少なくとも一部に存在する微粒子の表面電位を変化させる工程と、
- 5 (b) 前記微粒子を前記超純水供給システムの少なくとも一部から外部へ排出する工程とを備えることを特徴とする。

- 超純水供給システム内の微粒子は帯電することがある。帯電した微粒子の表面電位がシステムを構成する要素の表面電位と異極性であると、システム要素と微粒子との間に生じる静電引力により、微粒子がシステム要素に付着して除去が困難になる。本発明の方法は、微粒子の表面電位を変化させて、微粒子の表面電位を好ましくはシステム要素の表面電位と同極性にし、これにより微粒子とシステム要素との間の静電引力を消滅させ、好ましくは微粒子とシステム
- 10 要素間に電気的な反発力を発生させ、微粒子を容易に除去可能な状態にする。この状態で、例えば超純水をシステム内に流すなどして、微粒子をシステムから外部へ排出する。従って、本発明によれば、超純水供給システム全体または適宜の一部を短期間内に十分に洗浄することができる。また、新設のシステムの立ち上げ期間を短縮できる。

- 20 好ましくは、工程(a)では、微粒子に塩基性溶液または界面活性剤溶液を接触させる。

- この好適態様によれば、塩基性溶液または界面活性剤溶液を微粒子に接触させることにより、微粒子の表面電位を確実に変化させることができる。また、この溶液(洗浄液)における塩基や界面活性剤の濃度が低くても、溶液は、微
- 25 粒子の表面電位を変化させる作用を十分に発揮する。低濃度の溶液を洗浄に用いると、溶液成分すなわち塩基や界面活性剤が、洗浄されたシステム内に残留

する度合が小さくなる。従って、残留した溶液成分により、洗浄後にシステム内で製造される超純水のTOCが増大するおそれが少なくなる。また、残留した溶液成分を除去するために例えば超純水を用いた洗浄（すすぎ洗浄）を行う場合、この洗浄時間が短くなり、洗浄液（溶液）による洗浄と超純水による洗浄（すすぎ洗浄）とを含むシステム洗浄を全体として短期間内に行える。この好適態様の工程（b）では、例えば、微粒子に接触させた塩基性溶液や界面活性剤溶液を超純水供給システムから単に排出する。あるいは、溶液の排出後にすすぎ洗浄用の超純水をシステム内に導入し、その後、微粒子をすすぎ洗浄用の超純水と共にシステムから外部へ排出する。

- 5 10 本発明において、好ましくは、工程（a）では、微粒子の表面電位を変化させると共に微粒子に物理的な力を加える。

この好適態様によれば、微粒子の表面電位を変化させて微粒子と超純水供給システムの構成要素との間に生じる静電引力を消滅させ或いは両者間に電気的な反発力を発生させた状態で、微粒子に物理的な力が加えられ、これにより微
15 粒子の除去が更に容易になる。

好ましくは、工程（a）では、塩基性溶液または界面活性剤溶液を0.5 m/secないし2.0 m/secの流速で超純水供給システムの少なくとも一部に流す。

- 20 この好適態様によれば、塩基性溶液または界面活性剤溶液がシステム内を流れる際に、システム内の微粒子に接触し、更に微粒子に物理的な力を加え、これにより微粒子の除去を促進する。

或いは、工程（a）では、塩基性溶液または界面活性剤溶液を超純水供給システムの少なくとも一部に接触させた状態で、溶液を微小振動させる。

- 25 この好適態様によれば、溶液がシステム内の微粒子に接触して微粒子の表面電位を変化させ、また、溶液の微小振動が微粒子に伝達して微粒子に物理的な力を加え、これにより微粒子の除去を促進する。

好ましくは、塩基性溶液は、アンモニアまたはアンモニウム塩の水溶液、またはアルカリ金属の水酸化物の水溶液であり、あるいはアンモニアまたはアンモニウム塩の水溶液とアルカリ金属の水酸化物の水溶液とを混合したものである。あるいは、塩基性溶液は、アルカリ性ガスが溶解された純水または超純水である。

この好適態様で用いる塩基性溶液は、微粒子の表面電位を確実に変化させることができ、微粒子の除去が容易になる。

図面の簡単な説明

- 10 第1図は、本発明の一実施形態に係る超純水供給システムを示す概略図、
第2図は、微粒子構成材およびシステム構成材のそれぞれの表面電位を、 pH の関数で表した図、
第3図は、システム洗浄後のすすぎ洗浄に用いた超純水中の微粒子数を、システム洗浄での洗浄液の流速の関数で表した図、
15 第4図は、本発明の一実施例に係る超純水供給システムを示す概略図、
第5図は、超純水供給システムの洗浄後における超純水中の微粒子数の経時変化を実施例および比較例について示すグラフ、
第6図は、超純水供給システムの洗浄後における超純水中の TOC の経時変化を実施例および比較例について示すグラフ、および
20 第7図は、濾過膜の洗浄後における超純水中の微粒子数の経時変化を実施例および比較例について示すグラフである。

発明を実施するための最良の形態

以下、図面を参照して、本発明の一実施形態による洗浄方法を説明する。

- 25 本実施形態の洗浄方法は、超純水供給システム全体またはその一部（濾過膜などのシステム構成要素）の洗浄に適用される。

この洗浄方法が適用される超純水供給システム 1 は、第 1 図に示すように、
1 次純水 10 から超純水を製造する超純水製造装置（二次純水装置） 2 を備え
ている。1 次純水 10 は、例えば、原水を逆浸透膜で処理し、次にアニオン性
及びカチオン性のイオン交換樹脂による処理を順に行い、さらに逆浸透膜処理
5 することにより得られる。

超純水製造装置 2 は、超純水のユースポイント 4 に設けられた洗浄装置 4 a
に超純水供給流路 6 a を介して接続されている。洗浄装置 4 a は、超純水製造
装置 2 から供給された超純水を用いて半導体などの対象物を洗浄するものであ
る。すなわち、本実施形態の超純水供給システム 1 は、半導体製造プロセスで
10 用いられる超純水を供給するのに好適する。

超純水製造装置（二次純水装置） 2 は、1 次純水 10 を貯留するタンク 2 1
を有し、このタンク 2 1 には超純水戻り流路 6 b を介してユースポイント 4 の
洗浄装置 4 a が接続され、洗浄装置 4 a で使用されなかった超純水がタンク 2
1 へ戻されるようになっている。

15 超純水製造装置 2 において、タンク 2 1 内の純水（1 次純水 10 及びユース
ポイント 4 から戻された超純水）は、ポンプ 2 2 により熱交換器 2 3 に供給さ
れて熱交換器で温度調整され、次に、紫外線酸化装置 2 a で純水から有機物を
除去する処理が行われる。更に、イオン交換樹脂塔 2 4 で処理がなされ、次に
限外濾過膜装置 2 b では純水から微粒子を除去する最終処理が行われ、これに
20 より要求水質を満たす超純水が製造される。第 1 図中、参照符号 3 0 は、イオ
ン交換樹脂塔 2 4 をバイパスするバイパス流路である。

超純水は、超純水製造装置 2 から純水供給流路 6 a を介してユースポイント
4 の洗浄装置 4 a に送られてその一部が使用され、未使用の超純水は超純水戻
り流路 6 b を経て超純水製造装置 2 のタンク 2 1 に戻される。ユースポイント
25 4 で使用された超純水は、ユースポイント 4 で排水として回収されて処理され
る。

超純水供給システムについて更に説明すると、流路 6 a、6 b は基本的にはパイプから成る。なお、流路の途中にタンク、ポンプ、継手、弁その他の設備を配置しても良い。

パイプ（流路）6 a、6 b の構成材料は、超純水中に材料成分が溶出するものでなければよい。例えば、PVC（ポリ塩化ビニル）、PPS（ポリフェニレンサルファイド）、PVDF（ポリビニルジフロライド）、FRP（繊維強化プラスチック）、PFA（テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体）、ステンレス等を用いてパイプ 6 a、6 b を構成することができる。

10 以下、本実施形態の洗浄方法を説明する。

本洗浄方法は、既述のように超純水供給システムやその構成要素（たとえば濾過膜）の洗浄に用いられ、この洗浄方法の特徴は、システム内に存在する微粒子の表面電位を変化させて微粒子の除去を容易にする点にある。

先ず、本洗浄方法における微粒子除去の原理を説明する。

15 超純水供給システム 1 内での液体（純水、超純水、洗浄液など）の流れに主に起因して、システム要素 2 a、2 b、4 a、6 a、6 b、21～24 および 30 が帯電し、また、システム 1 内の微粒子が帯電する。微粒子の表面電位の極性や大きさは液体の性状とくに pH に依存する一方、PVC などの構成材料からなるシステム要素の表面電位の極性や大きさは、液体の性状にさほど依存
20 しない。

ここで、表面電位と液体の pH との関係を図 2 に例示する。図 2 には、4 種類の微粒子構成材および 2 種類のシステム構成材のそれぞれの表面電位が pH の関数として示されている。表面電位の測定は、電気泳動光散乱測定法を用いて、図 2 中にマークで示す pH において行った。

25 図 2 中、実線は微粒子構成材の表面電位－pH 特性を示し、破線はシステム構成材の表面電位－pH 特性を示す。実線につけた菱形（◆）、三角（▲）、

四角 (■) 及び丸 (●) のマークは、シリカ (SiO_2)、アルミナ (Al_2O_3)、ポリスチレンラテックス (PSL) 及びシリコンナイトライト (Si_3N_4) にそれぞれ対応する。また、破線に付けたアステリスク (*) マーク及び丸 (●) マークは PVC 及び PVDF にそれぞれ対応する。

- 5 第2図に示すように、液体の pH の値が中性から酸性を表す 7 未満であれば、シリカ、アルミナ、PSL や Si_3N_4 からなる微粒子構成材の表面電位は 0 mV 付近またはプラスの値をとる。また、液体の pH の値がアルカリ性を表す 7 以上であると微粒子構成材はマイナスの表面電位を有する。一方、PVC や PVDF で構成されるシステム要素は、液体の pH に関係なく pH 全域でマイ
- 10 ナスの表面電位を有する。

上記の事情から、システム要素の表面電位と微粒子の表面電位とが異なる極性になることがあり、この場合、システム要素と微粒子との間に発生する静電引力により微粒子がシステム要素の表面に付着したままになる。

- 本洗浄方法では、例えばアルカリ性の液体をシステム内の微粒子に接触させて微粒子をマイナスに帯電させ、これにより微粒子の表面電位をシステム要素
- 15 の表面電位と同極性にして微粒子とシステム要素間の静電引力を消滅させ、或いは両者間に静電的な反発力を発生させる。この結果、システムから微粒子が除去し易くなる。

- 上記の原理に基づく洗浄方法では、表面電位を変化させる作用を有する洗浄
- 20 液 (薬品) が用いられる。このような作用をもつ洗浄液としては塩基性溶液が好適である。塩基性溶液は、水溶性で且つその pH が所定範囲内であればとくに制限されないが、例えば、アンモニアまたはアンモニウム塩の水溶液が好ましい。或いは、塩基性溶液は、テトラアルキルアンモニウム化合物またはテトラアルキルアンモニウム塩の水溶液、水酸化テトラメチルアンモニウム (TMA
- 25 H) の水溶液、または水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムのような金属水酸化物の水溶液などが好ましい。また、塩基性溶液は、アンモニアガスなどの

アルカリ性ガスを超純水に溶解させたものでもよい。塩基性溶液のpHや濃度は、主に、塩基性溶液のシステム洗浄力を確保する観点とシステム内の残留溶液成分を低減する観点とから設定される。

- アンモニアまたは水酸化ナトリウムの水溶液の場合、そのpHを7～14、
5 とくに、9～11に設定することが好ましい。

また、システム洗浄用のアンモニア水溶液の濃度は5～500mg/L、好ましくは50～100mg/Lの範囲に設定する。システム洗浄用の水酸化ナトリウム水溶液の濃度は0.01～4000mg/L、好ましくは0.4～40mg/Lの範囲に設定する。

- 10 また、濾過膜洗浄用のアンモニア水溶液の濃度は20～2000mg/L、好ましくは100～1000mg/Lの範囲に設定し、濾過膜洗浄用の水酸化ナトリウム水溶液の濃度は0.4～10000mg/L、好ましくは100～1000mg/Lの範囲に設定する。

- TMAH水溶液の濃度は10～100ppmとくに40～60ppmが好ま
15 しい。

アルカリ性ガスを超純水に溶解させて成る塩基性溶液の場合、溶液のpHおよびアンモニア濃度が前記範囲内となるように、システム内に例えばアンモニアガスを注入する。アンモニアガスの濃度には特に制限はなく、5～1000ppm程度で良い。

- 20 次に、上記の塩基性溶液を洗浄液として用いて第1図の超純水供給システム1を洗浄する場合について説明する。

- まず、pH及び濃度が上記好適範囲内の値になるように予め調製した洗浄液8をタンク21内へ供給する。或いは、1次純水10やユースポイントから戻された超純水が貯留されたタンク内21に例えば塩基性塩を投入して洗浄液8
25 をタンク内で調製する。

次に、上述の、超純水製造装置2から流路6a、ユースポイント4および流

路 6 b を経て超純水製造装置 2 に戻るという通常の超純水循環経路に沿って洗浄液 8 をシステム 1 内で一巡させ、或いは、洗浄液 8 をシステム内で数時間、好ましくは 0.5 ～ 3 時間にわたって循環させる。この様に、洗浄液 8 としての塩基性溶液を上記の循環経路に沿って流すことにより、システム 1 の各部す
5 なわち、ポンプ 22、熱交換器 23、紫外線酸化装置 2a、限外濾過装置 2b 及びこれらを繋ぐ配管、そして流路 6a、6b のそれぞれに塩基性溶液が接触し、これらの機器、配管などを洗浄する。

この洗浄の際、洗浄液 8 の流速は、0.5 m/sec 以上、とくに 0.75 ～ 2.0 m/sec の範囲内の値にすることが好ましい。

10 第 3 図は、洗浄液の流速とシステム洗浄後のすすぎ洗浄に用いた超純水中に含まれる微粒子の数との関係を示す。第 3 図に示す流速－微粒子数曲線を得るため、第 3 図中に●マークで示すように、0.25、0.75、1.5 及び 2 m/sec の流速で洗浄液を流した場合のそれぞれについて、微粒子数を測定した。すなわち、後述の実施例 1 における微粒子数測定の場合と同様、洗浄液による
15 システム洗浄に続くすすぎ洗浄を開始してから 1 日が経過したときにすすぎ洗浄に用いた超純水を採取してフィルタで濾過し、フィルタ上にトラップした微粒子の数を走査型電子顕微鏡で求めた。第 3 図から分かるように、流速 0.25 m/sec での洗浄効果は不十分であり、また、流速を 2.0 m/sec よりも更に増大させたとしても洗浄効果はさほど増大せず、洗浄効果が飽和する傾向がある。従って、0.5 ～ 2.0 m/sec の流速範囲が好適であると考えられる。
20

なお、限外濾過膜などの濾過膜を洗浄する際は、洗浄液の流速は 0.5 ～ 2.5 m/sec、とくに 0.75 ～ 2.0 m/sec とすることが好ましい。

この様にシステム 1 に洗浄液 8 を流すと、洗浄液 8 がシステム 1 内の微粒子と接触して微粒子の表面電位の極性がプラスからマイナスへ変化する一方、システム要素の構成部材の表面電位の極性はマイナスのままである。この結果、
25 微粒子の表面電位がシステム要素の表面電位と同極性になり、微粒子とシステ

ム要素間の静電引力が消滅したり微粒子とシステム要素間に電気的な反発力が発生し、微粒子はシステム要素の表面から容易に除去可能になる。また、洗浄液 8 の流れにより物理的な力が微粒子に加えられ、微粒子の除去が一層容易になる。すなわち、洗浄液 8 の流れにより、例えば、システム要素の表面に付着した微粒子がシステム要素から剥離し或いは剥離し易くなる。

そして、システム 1 内を一巡あるいは循環した使用済みの洗浄液 8 は、システム 1 のブロー管（図示略）から排出され、この際、システム要素から剥離して洗浄液 8 に混入した微粒子は、洗浄液 8 と共にシステム 1 外へ排出される。使用済みの洗浄液 8 は、例えば弱酸性の陽イオン交換樹脂で吸着処理される。

10 上記のシステム洗浄方法によれば、洗浄液 8 に含まれる塩基や塩基性塩の濃度が例えば数 10 mg/L と低い場合にも、洗浄液 8 による微粒子剥離・除去作用が充分に発揮される。そして、洗浄液 8 による洗浄後、必要ならば、システム 1 内に超純水を導入してシステム内に残留した洗浄液成分を除去する。

15 低濃度の洗浄液 8 を用いると、洗浄液 8 の塩基成分がシステム 1 内に残留する割合が少なくなるので、残留成分除去のための洗浄時間が短くなり、洗浄液 8 および超純水による洗浄作業全体を短時間で終了させることができる。このため、新設の超純水供給システム 1 の場合にはその立上げ期間が短くなる。また、その後の超純水の製造において塩基成分に由来する T O C の増大が抑制され、製造される超純水の品質向上に寄与する。

20 洗浄液 8 の温度については特に制限はないが、超純水供給システム 1 を構成する部材や配管の耐熱温度を超えない範囲でなるべく高い温度とするのが洗浄力の点で好ましく、より具体的には 20 ～ 100℃ とするのがよい。例えば、耐熱温度が約 45℃ である P V C 材料で構成したシステムやシステム要素の洗浄には、洗浄液 8 の温度を 40℃ 程度とし、耐熱温度が約 80℃ である P V D
25 F 材料で構成したシステムやシステム要素の場合は洗浄液の温度を 75 ～ 80℃ 以下とする。又、ステンレス材料で構成したシステムやシステム要素の場合

合は100℃程度の温度の洗浄液を用いることができる。

以上で、本発明の一実施形態による洗浄方法についての説明を終えるが、本発明は上記実施形態に限定されず、種々に変形可能である。

例えば、本発明の洗浄方法が適用される超純水供給システムは第1図に示したものに限定されず、ユースポイントで使用されなかった超純水を超純水製造装置へ戻すように超純水供給システムを構成することは必須ではない。また、第1図に図示しない逆浸透膜その他の膜処理装置を超純水製造装置2に適宜組み込んでよい。また、第1図に示した熱交換器23およびイオン交換樹脂塔24は必須のシステム構成要素ではない。

上記実施形態では、洗浄液を超純水供給システム内を一巡させたり循環させることにより、システム内の微粒子に洗浄液を接触させて微粒子の表面電位を変化させると共に微粒子に物理的な力を加えるようにしたが、これに代えて、超純水供給システム内あるいはその一部に洗浄液を満たした状態で、例えば超音波などにより洗浄液に微小振動を与えるようにしても良い。この場合、システム内に満たされた洗浄液がシステム内の微粒子に接触して微粒子の表面電位が変化し、また、洗浄液の微小振動が微粒子に伝達して物理的な力が微粒子に加えられる。なお、微粒子に物理的な力を積極的に加えることは必須ではなく、単に、システム内に洗浄液を満たして所定時間放置した後に洗浄液をシステムから排出してもよい。

本発明において超純水供給システム全体を洗浄することは必須ではなく、同システムの一部、例えば、限外濾過膜装置2b、紫外線酸化装置2a、配管6aや6b、配管継手などを個別に洗浄してもよい。この場合、システムの被洗浄部分の直ぐ上流側から洗浄液を注入すると共に被洗浄部分の直ぐ下流側から排出させ、これにより被洗浄部分に洗浄液を通す。または、被洗浄部分に洗浄液を通さずに単に被洗浄部分に洗浄液を満たし、一定時間経過後に被洗浄部分から排出しても良い。或いは、被洗浄部分に満たした洗浄液に振動を与えた後

に排出しても良い。

この様にして、システム要素例えば限外濾過膜を超純水製造装置に取り付けた状態で洗浄可能であるが、同装置から取り外してから洗浄してもよい。この場合、濾過膜を収納したハウジングに洗浄液を通して良く、あるいはハウジングに洗浄液を単に満たし、必要に応じて洗浄液に振動を与える。

さらに、本発明において、塩基性洗浄液に代えて、例えば、界面活性剤、水素ガス溶解水などを単独または混合して洗浄液として使用しても良い。あるいは、システムの被洗浄部分と共に純水中に浸した電極板の間に隔膜を配置した状態で電極板に通電して、微粒子の表面電位を変化させるようにしてもよい。

10 界面活性剤を洗浄液として使用する場合は、第一アミン誘導体、第四アンモニウム塩などの陽イオン界面活性剤、カルボン酸型や硫酸エステル型の中性界面活性剤を用いることができ、また、アルキルベンゼンスルホンサン塩などの陰イオン界面活性剤を塩基性塩と併用しても良い。界面活性剤の濃度は1～1000mg/L、通常は数10mg/L程度で良い。

15 洗浄効果を高めるため、限外濾過膜2bの出口から洗浄液を超純水流路6aに注入してもよい。

実施例1

1. 超純水供給システムの洗浄

第1図に示す超純水供給システム1を新設し、同システムを以下のように洗浄した。

まず、超純水製造装置2のタンク21内の純水にアンモニア水を添加して濃度50mg/L及びpH10.5の洗浄液8を調製し、この洗浄液8を流速0.75m/secで超純水製造装置2→流路6a→ユースポイント4→流路6b→超純水製造装置2というの循環経路に沿ってシステム内で2時間循環させた。

25 但し、イオン交換樹脂塔24を迂回するバイパス流路30に沿って洗浄液8を流し、イオン交換樹脂塔24の洗浄は行わなかった。熱交換器23では洗浄液

8の温度を40℃に調整した。

洗浄液8によるシステムの洗浄後、洗浄液8を図示しないブロー配管から排出し、次に、タンク21に1次純水10を供給して超純水製造装置2で得た超純水をシステム1内で循環させてシステム内に残留した洗浄液成分を除去し、

5 次いで、洗浄液成分を含む超純水をシステム外へ排出した。

2. 洗浄性の評価

システムの洗浄に続いて洗浄液成分を除去した後、システム1の通常運転を行い、ユースポイント4で超純水を時間をおいて複数回にわたり採取し、採取した超純水に含まれる微粒子数及び超純水のTOCを測定し、これにより超純水の10 水質の経時変化を求めた。微粒子数の測定では、一定量の超純水をフィルタで濾過し、このフィルタ上にトラップされた微粒子（粒径0.05μm以上）の数を走査型電子顕微鏡で求めた。TOCは、紫外線酸化－抵抗率検出法によって測定した。

測定結果を第5図、第6図及び第7図に示す。各図中の破線は、ユースポイント15 での使用に供される超純水に対する要求水質を示す。

実施例2

システム1のタンク21内の純水に水酸化ナトリウムを添加して濃度4mg/LおよびpH10.5の洗浄液8を調製し、この洗浄液8を実施例1の場合と同様にシステム1内で循環させてシステム1を洗浄した。洗浄したシステム120 により製造した超純水の水質の経時変化を、実施例1の場合と同様に測定した。測定結果を第5図および第6図に示す。

実施例3

第1図に示した超純水供給システム1にアンモニアガス注入管11を付設して第4図に示すシステム1を構成した。

25 タンク21から送り出される超純水に、注入管11からアンモニアガスを注入して、アンモニア濃度50mg/LおよびpH10.5の洗浄液8を調整した。

実施例 1 と同様に、洗浄液 8 をシステム内で循環させてシステム 1 を洗浄し、洗浄したシステムにより製造した超純水の水質の経時変化を測定した。測定結果を第 5 図及び第 6 図に示す。

実施例 4

- 5 ポリスルホンから成る限外濾過膜をハウジングから取り出し、実施例 1 で用いたものと同じ洗浄液 8 に限外濾過膜を 2 時間浸漬し、洗浄液 8 に超音波を加えて洗浄液を振動させ、これにより限外濾過膜を洗浄した。次に、限外濾過膜を取り付けたハウジングに超純水を通し、濾過膜の透過水側の超純水中の微粒子数を実施例 1 ～ 3 と同様の方法で測定した。測定結果を第 7 図に示す。

10 比較例 1

40℃の温水を洗浄液として用いて、実施例 1 ～ 3 の場合と同様に、超純水供給システムの洗浄を行い、次に、同システムにより製造した超純水をユースポイントで採取し、水質を調べた。測定結果を第 5 図及び第 6 図に示す。

比較例 2

- 15 超純水を洗浄水として用いて、実施例 4 の場合と同様の洗浄を行い、次に、洗浄したシステムにより製造した超純水中の微粒子数を測定した。測定結果を第 7 図に示す。

実施例 1 ～ 5 及び比較例 1 ～ 2 の評価

- 20 第 5 図から明らかなように、実施例 1 ～ 3 による洗浄方法により洗浄した超純水供給システムの場合、洗浄完了後におけるシステムの運転開始から 1 日が経過する前に、同システムで製造した超純水中の微粒子数が許容上限値（1 個/mL）以下に減少した。すなわち、実施例 1 ～ 3 の洗浄方法は微粒子除去能力に優れている。測定結果を図示しないが、実施例 5 の洗浄方法も洗浄力に優れる。一方、比較例 1 の方法で洗浄したシステムでは、同システムで製造した超
25 純水中の微粒子数が許容上限値以下に減少するまでに 8 日以上かかっており、比較例 1 の洗浄方法の微粒子除去能力が低いことがわかる。

又、第6図から明らかなように、実施例1～3では、システムで製造した超純水のTOCが、許容上限値（ $1\mu\text{g/L}$ ）以下に減少するまでの時間がシステムの運転開始から1日未満であり、実施例1～3の洗浄方法が有機物除去能力に優れていることがわかる。実施例5についても同様である。一方、比較例1

5 では、TOCが許容上限値以下に減少するまでに4～5日以上かかっており、比較例1の洗浄方法の有機物除去能力が低いことがわかる。

さらに、第7図から明らかなように、実施例1、4では、洗浄した濾過膜を装着したシステムの運転開始から1日が経過する前に微粒子数が1個/mL以下に減少し、特に実施例4では12時間で微粒子数が1個/mL以下に減少した。

10 一方、比較例2では、システムの運転開始から300時間が経過した後も微粒子数が1個/mL以下に減少しなかった。

請 求 の 範 囲

1. 超純水のユースポイントに流路を介して接続された超純水製造装置を有した超純水供給システムの少なくとも一部を洗浄する洗浄方法において、

(a) 超純水供給システムの少なくとも一部に存在する微粒子の表面電位を
5 変化させる工程と、

(b) 前記微粒子を前記超純水供給システムの少なくとも一部から外部へ排出する工程と

を備えることを特徴とする洗浄方法。

2. 前記工程 (a) で、前記微粒子に塩基性溶液または界面活性剤溶液を接
10 触させることを特徴とする請求の範囲第 1 項に記載の洗浄方法。

3. 前記工程 (a) で、前記微粒子の表面電位を変化させると共に前記微粒子に物理的な力を加えることを特徴とする請求の範囲第 1 項に記載の洗浄方法。

4. 前記工程 (a) で、塩基性溶液または界面活性剤溶液を 0.5 m/sec ないし 2.0 m/sec の流速で前記超純水供給システムの少なくとも一部に流す
15 ことを特徴とする請求の範囲第 3 項に記載の洗浄方法。

5. 前記工程 (a) で、塩基性溶液または界面活性剤溶液を前記超純水供給システムの少なくとも一部に接触させた状態で、前記溶液を微小振動させることを特徴とする請求の範囲第 3 項に記載の洗浄方法。

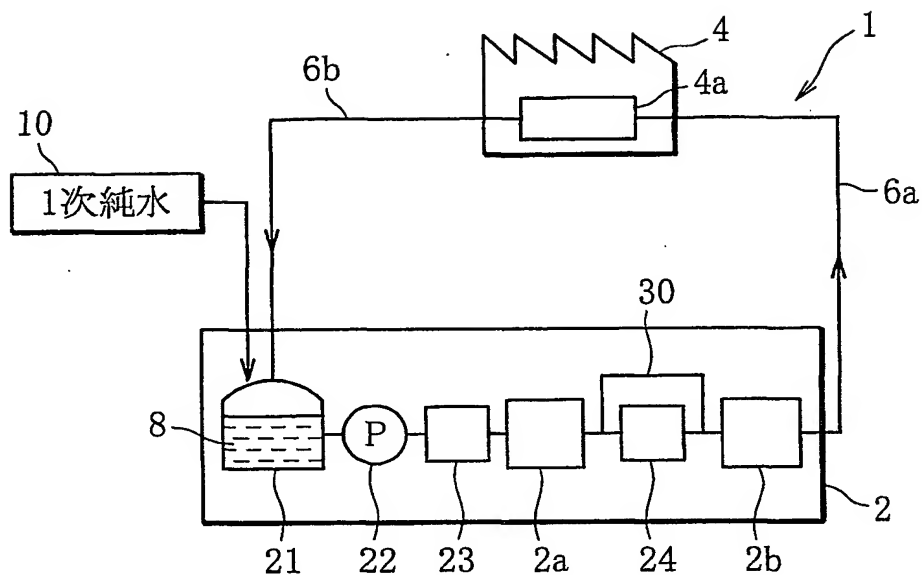
6. 前記塩基性溶液が、アンモニアまたはアンモニウム塩の水溶液、または
20 アルカリ金属の水酸化物の水溶液、あるいは前記アンモニアまたはアンモニウム塩の水溶液と前記アルカリ金属の水酸化物の水溶液とを混合したものであることを特徴とする請求の範囲第 2 項、第 4 項または第 5 項に記載の洗浄方法。

7. 前記塩基性溶液が、アルカリ性ガスが溶解された純水または超純水であることを特徴とする請求の範囲第 2 項、第 4 項または第 5 項に記載の洗浄方法。

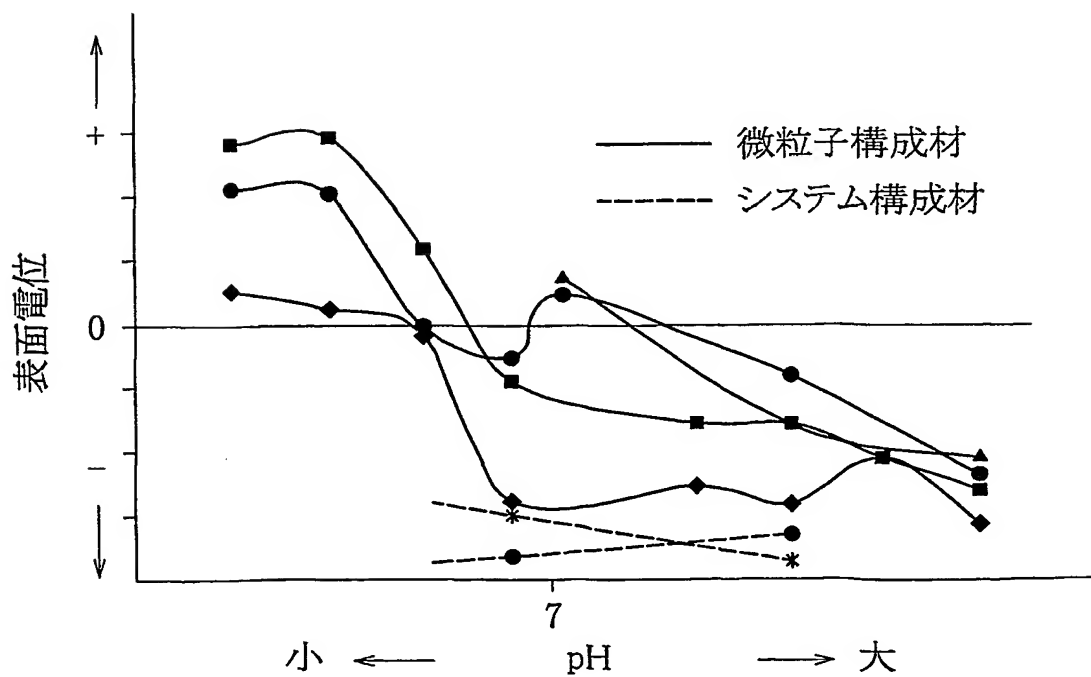


1/4

第 1 図



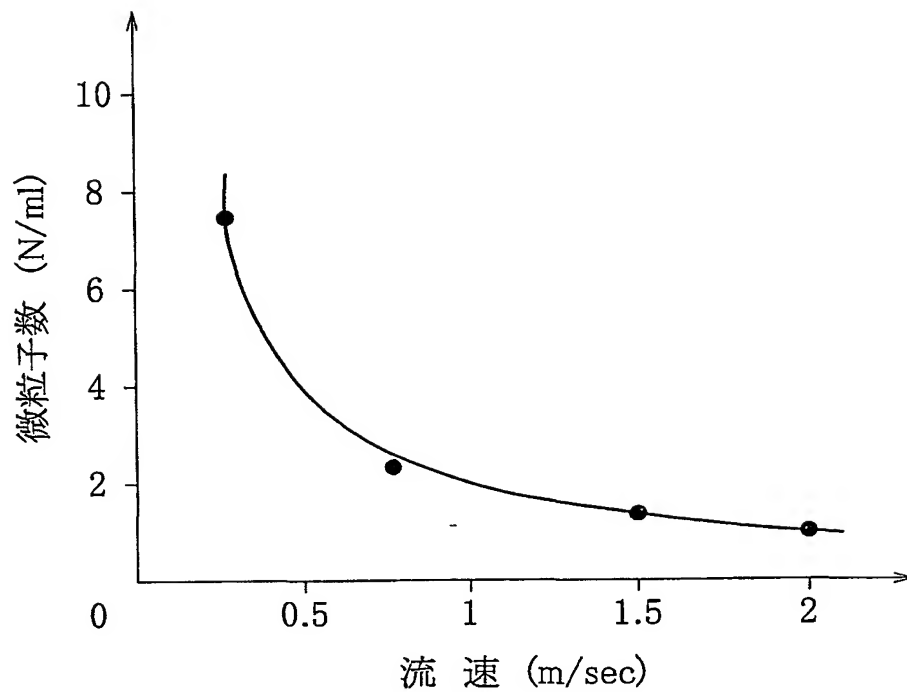
第 2 図



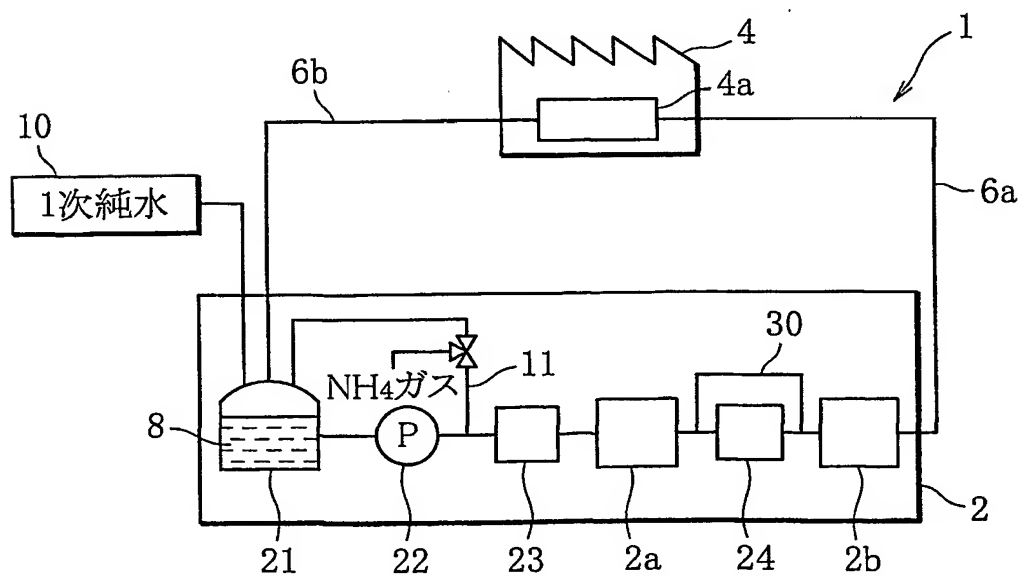


2/4

第 3 図



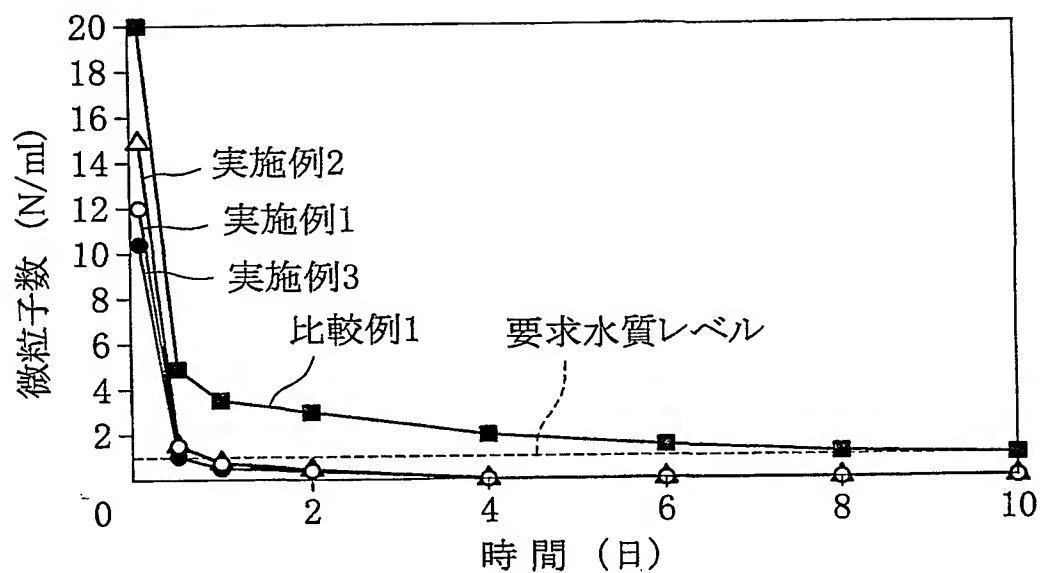
第 4 図



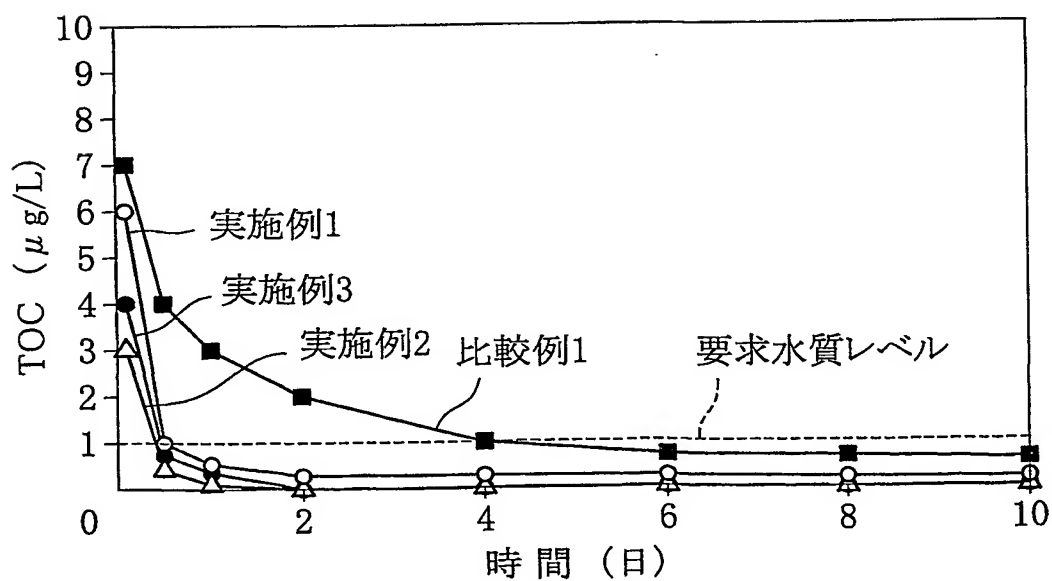


3/4

第 5 図

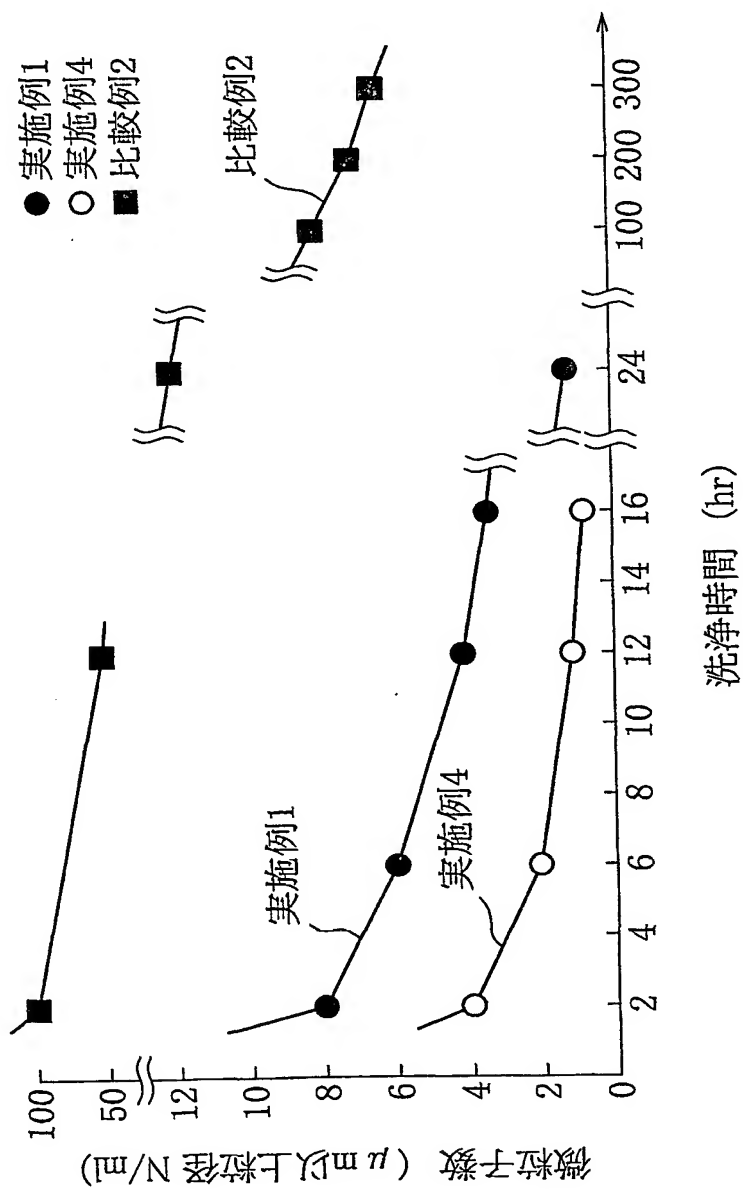


第 6 図





第 7 図





2

h

.

.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06842

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ B08B 9/027, 3/08, 3/14, 9/08, C02F 1/44, H01L 21/304, 648

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B08B 9/00-9/093

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2001	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
EX	JP 2000-317413 A (Kurita Water Industries Ltd.), 21 November, 2000 (21.11.00) (Family: none)	1-7
EX	JP 2000-279906 A (Toshiba Corporation), 10 October, 2000 (10.10.00) (Family: none)	1-7
Y	JP 3-288583 A (Nomura Micro Sci. K.K.), 18 December, 1991 (18.12.91) (Family: none)	1-7
Y	WO 94/21865 A1 (H. E. R. C. Incorporated), 29 September, 1994 (29.09.94), & JP 8-509908 A	1-7
Y	JP 10-128254 A (Organo Corporation), 19 May, 1998 (19.05.98) (Family: none)	1-7
Y	GB 1420720 A (Alfa-Laval Aktiebolag), 14 January, 1976 (14.01.76), & JP 50-026355 A & DE 2409918 A & NL 7402458 A	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"B" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 September, 2001 (04.09.01)Date of mailing of the international search report
18 September, 2001 (18.09.01)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06842

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 8-11992 A (Suntory Limited), 16 January, 1996 (16.01.96) (Family: none)	1-7
Y	JP 6-82939 A (Konica Corporation), 25 March, 1994 (25.03.94) (Family: none)	1-4, 6, 7

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int. Cl¹ B08B 9/027, 3/08, 3/14, 9/08
 C02F 1/44 H01L 21/304, 648

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ B08B 9/00-9/093

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2001年
 日本国登録実用新案公報 1994-2001年
 日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
EX	JP 2000-317413 A(栗田工業株式会社)21.11月.2000(21.11.00) (ファミリーなし)	1-7
EX	JP 2000-279906 A(株式会社東芝)10.10月.2000(10.10.00) (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 3-288583 A(野村マイクロ・サイエンス株式会社)18.12月.1991 (18.12.91) (ファミリーなし)	1-7
Y	WO 94/21865 A1(H. E. R. C. INCORPORATED)29. SEP. 1994(29.09.94) &JP 8-509908 A	1-7
Y	JP 10-128254 A(オルガノ株式会社)19.5月.1998(19.05.98) (ファミリーなし)	

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

04.09.01

国際調査報告の発送日

18.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号 100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

平上悦司

3K

7913

電話番号 03-3581-1101 内線 3332

C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	GB 1420720 A (ALFA-LAVAL AKTIEBOLAG) 14. JAN. 1976 (14. 01. 76) & JP 50-026355 A&DE 2409918 A&NL 7402458 A	1-7
Y	JP 8-11992 A (サントリー株式会社) 16. 1月. 1996 (16. 01. 96) (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 6-82939 A (コニカ株式会社) 25. 3月. 1994 (25. 03. 94) (ファミリーなし)	1-4, 6, 7

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002 年 2 月 21 日 (21.02.2002)

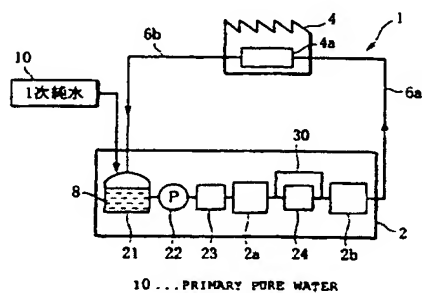
PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/13981 A1

- (51) 国際特許分類: B08B 9/027, 3/08, 3/14, 9/08, C02F 1/44, H01L 21/304 (72) 発明者: および
(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 奥村正剛 (OKU-MURA, Masatake) [JP/JP]: 〒160-8383 東京都新宿区西新宿三丁目4番7号 栗田工業株式会社内 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/06842
- (22) 国際出願日: 2001 年 8 月 9 日 (09.08.2001) (74) 代理人: 長門侃二, 外 (NAGATO, Kanji et al.); 〒105-0004 東京都港区新橋5丁目8番1号 SKKビル5階 Tokyo (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国(国内): KR, SG, US.
- (30) 優先権データ: 特願2000-242602 2000 年 8 月 10 日 (10.08.2000) JP 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 栗田工業株式会社 (KURITA WATER INDUSTRIES LTD.) [JP/JP]: 〒160-8383 東京都新宿区西新宿三丁目4番7号 Tokyo (JP). 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR CLEANING ULTRAPURE WATER SUPPLYING SYSTEM

(54) 発明の名称: 超純水供給システムの洗浄方法



(57) Abstract: A method for cleaning an ultrapure water supplying system having an ultrapure water producing apparatus connected to a use point for ultrapure water via a flow path, which comprises circulating, for example, a basic aqueous solution within the system, thereby to change the surface electric potential of fine particles present in the system from the polarity different from that of a system element to the same polarity as that of the element and to facilitate removing such particles, and then discharging the particles together with the basic aqueous solution out of the system. The method is excellent in detergency and allows the shortening of the time required for the rinse in order to remove residual components of a cleaning solution.

(57) 要約:

超純水のユースポイントに流路を介して接続された超純水製造装置を有した超純水供給システムを洗浄方法が提供される。この洗浄方法では、例えば塩基性水溶液をシステム内で循環させることにより、システム内の微粒子の表面電位をシステム要素の表面電位と異なる極性から同極性に変化させて除去容易とし、次に、微粒子をシステム外へ塩基性水溶液と共にシステム外へ排出する。この洗浄方法は洗浄力に優れ、残留洗浄液成分を除去するためのすすぎ洗浄時間を短くすることができる。



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B08B 9/027, 3/08, 3/14, 9/08
C02F 1/44 H01L 21/304, 648

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B08B 9/00-9/093

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2001年
日本国登録実用新案公報 1994-2001年
日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
EX	JP 2000-317413 A(栗田工業株式会社)21. 11月. 2000(21. 11. 00) (ファミリーなし)	1-7
EX	JP 2000-279906 A(株式会社東芝)10. 10月. 2000(10. 10. 00) (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 3-288583 A(野村マイクロ・サイエンス株式会社)18. 12月. 1991 (18. 12. 91) (ファミリーなし)	1-7
Y	WO 94/21865 A1(H. E. R. C. INCORPORATED)29. SEP. 1994(29. 09. 94) &JP 8-509908 A	1-7
Y	JP 10-128254 A(オルガノ株式会社)19. 5月. 1998(19. 05. 98) (ファミリーなし)	

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

04. 09. 01

国際調査報告の発送日

18.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

平上悦司

3K

7913

電話番号 03-3581-1101 内線 3332



C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	GB 1420720 A (ALFA-LAVAL AKTIEBOLAG) 14. JAN. 1976 (14. 01. 76) & JP 50-026355 A&DE 2409918 A&NL 7402458 A	1-7
Y	JP 8-11992 A (サントリー株式会社) 16. 1月. 1996 (16. 01. 96) (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 6-82939 A (コニカ株式会社) 25. 3月. 1994 (25. 03. 94) (ファミリーなし)	1-4, 6, 7



特許協力条約に基づく国際出願願書

原本（出願用） - 印刷日時 2001年08月09日（09.08.2001）木曜日 09時59分11秒

FPHH741PC

0	受理官庁記入欄	
0-1	国際出願番号.	
0-2	国際出願日	
0-3	(受付印)	
0-4	様式-PCT/R0/101 この特許協力条約に基づく 国際出願願書は、 右記によって作成された。	PCT-EASY Version 2.92 (updated 01.03.2001)
0-5	申立て 出願人は、この国際出願が特許 協力条約に従って処理されるこ とを請求する。	
0-6	出願人によって指定された受 理官庁	日本国特許庁 (R0/JP)
0-7	出願人又は代理人の書類記号	FPHH741PC
I	発明の名称	超純水供給システムの洗浄方法
II	出願人	
II-1	この欄に記載した者は	出願人である (applicant only)
II-2	右の指定国についての出願人で ある。	米国を除くすべての指定国 (all designated States except US)
II-4ja	名称	栗田工業株式会社
II-4en	Name	KURITA WATER INDUSTRIES LTD.
II-5ja	あて名:	160-8383 日本国 東京都 新宿区西新宿三丁目 4番7号
II-5en	Address:	4-7, Nishi-shinjuku 3-chome Shinjuku-ku, Tokyo 160-8383 Japan
II-6	国籍 (国名)	日本国 JP
II-7	住所 (国名)	日本国 JP
III-I	その他の出願人又は発明者	
III-I-1	この欄に記載した者は	出願人及び発明者である (applicant and inventor)
III-I-2	右の指定国についての出願人で ある。	米国のみ (US only)
III-I-4ja	氏名 (姓名)	奥村 正剛
III-I-4en	Name (LAST, First)	OKUMURA, Masatake
III-I-5ja	あて名:	160-8383 日本国 東京都 新宿区西新宿三丁目 4番7号
III-I-5en	Address:	栗田工業株式会社内 c/o KURITA WATER INDUSTRIES LTD. 4-7, Nishi-shinjuku 3-chome Shinjuku-ku, Tokyo 160-8383 Japan
III-I-6	国籍 (国名)	日本国 JP
III-I-7	住所 (国名)	日本国 JP





特許協力条約に基づく国際出願願書

原本（出願用） - 印刷日時 2001年08月09日 (09.08.2001) 木曜日 09時59分11秒

FPHH741PC



IV-1	代理人又は共通の代表者、通知のあて名 下記の者は国際機関において下記のごとく出願人のために行動する。	代理人 (agent)
IV-1-1ja	氏名 (姓名)	長門 侃二
IV-1-1en	Name (LAST, First)	NAGATO, Kanji
IV-1-2ja	あて名:	105-0004 日本国 東京都 港区 新橋5丁目8番1号 SKKビル5階
IV-1-2en	Address:	5F, SKK Bldg. 8-1, Shinbashi 5-chome Minato-ku, Tokyo 105-0004 Japan
IV-1-3	電話番号	03-3459-7521
IV-1-4	ファクシミリ番号	03-3459-7524
IV-1-5	電子メール	nagapat@sepia.ocn.ne.jp
IV-2	その他の代理人	筆頭代理人と同じあて名を有する代理人 (additional agent(s) with same address as first named agent)
IV-2-1ja	氏名	宮川 宏一
IV-2-1en	Name(s)	MIYAKAWA, Kohichi
V	国の指定	
V-1	広域特許 (他の種類の保護又は取扱いを求める場合には括弧内に記載する。)	--
V-2	国内特許 (他の種類の保護又は取扱いを求める場合には括弧内に記載する。)	KR SG US
V-5	指定の確認の宣言 出願人は、上記の指定に加えて、規則4.9(b)の規定に基づき、特許協力条約のもとで認められる他の全ての国の指定を行う。ただし、V-6欄に示した国の指定を除く。出願人は、これらの追加される指定が確認を条件としていること、並びに優先日から15月が経過する前にその確認がなされない指定は、この期間の経過時に、出願人によって取り下げられたものとみなされることを宣言する。	
V-6	指定の確認から除かれる国	なし (NONE)
VI-1	先の国内出願に基づく優先権主張	
VI-1-1	出願日	2000年08月10日 (10.08.2000)
VI-1-2	出願番号	特願2000-242602
VI-1-3	国名	日本国 JP
VI-2	優先権証明書送付の請求 上記の先の出願のうち、右記の番号のものについては、出願書類の認証謄本を作成し国際事務局へ送付することを、受理官庁に対して請求している。	VI-1



特許協力条約に基づく国際出願願書

FPHH741PC

原本（出願用） - 印刷日時 2001年08月09日（09.08.2001）木曜日 09時59分11秒

VII-1	特定された国際調査機関 (ISA)	日本国特許庁 (ISA/JP)	
VIII	申立て	申立て数	
VIII-1	発明者の特定に関する申立て	-	
VIII-2	出願し及び特許を与えられる国際出願日における出願人の資格に関する申立て	-	
VIII-3	先の出願の優先権を主張する国際出願日における出願人の資格に関する申立て	-	
VIII-4	発明者である旨の申立て（米国を指定国とする場合）	-	
VIII-5	不利にならない開示又は新規性喪失の例外に関する申立て	-	
IX	照合欄	用紙の枚数	添付された電子データ
IX-1	願書（申立てを含む）	4	-
IX-2	明細書	16	-
IX-3	請求の範囲	1	-
IX-4	要約	1	fphh741pca.txt
IX-5	図面	4	-
IX-7	合計	26	
	添付書類	添付	添付された電子データ
IX-8	手数料計算用紙	✓	-
IX-9	個別の委任状の原本	✓	-
IX-17	PCT-EASYディスク	-	フルキップディスク
IX-18	その他	納付する手数料に相当する特許印紙を添付した書面	-
IX-18	その他	国際事務局の口座への振込を証明する書面	-
IX-19	要約書とともに提示する図の番号	1	
IX-20	国際出願の使用言語名:	日本語	
X-1	提出者の記名押印		
X-1-1	氏名(姓名)	長門 侃二	
X-2	提出者の記名押印		
X-2-1	氏名(姓名)	宮川 宏一	

受理官庁記入欄

T0-1	国際出願として提出された書類の実際の受理の日	
T0-2	図面:	
T0-2-1	受理された	
T0-2-2	不足図面がある	
T0-3	国際出願として提出された書類を補完する書類又は図面であってその後期間内に提出されたものの実際の受理の日（訂正日）	
T0-4	特許協力条約第11条(2)に基づく必要な補完の期間内の受理の日	
T0-5	出願人により特定された国際調査機関	ISA/JP

特許協力条約に基づく国際出願願書

FPHH741PC

原本（出願用） - 印刷日時 2001年08月09日（09.08.2001）木曜日 09時59分11秒

10-6	調査手数料未払いにつき、国際調査機関に調査用写しを送付していない	
------	----------------------------------	--

国際事務局記入欄

11-1	記録原本の受理の日	
------	-----------	--

